

#2

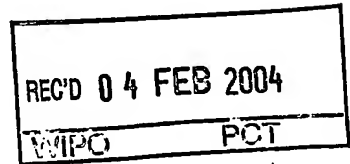
PCT/EP 03 / 11188



Europäisches
Patentamt

European
Patent Office

Office européen
des brevets



Bescheinigung

Certificate

Attestation

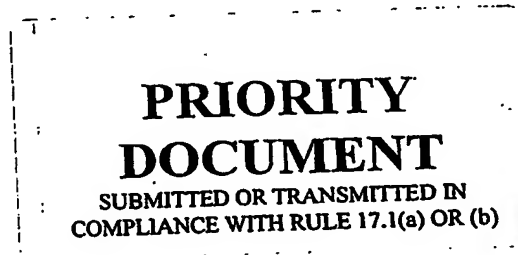
Die angehefteten Unterla-
gen stimmen mit der
ursprünglich eingereichten
Fassung der auf dem näch-
sten Blatt bezeichneten
europäischen Patentanmel-
dung überein.

The attached documents
are exact copies of the
European patent application
described on the following
page, as originally filed.

Les documents fixés à
cette attestation sont
conformes à la version
initialement déposée de
la demande de brevet
européen spécifiée à la
page suivante.

Patentanmeldung Nr. Patent application No. Demande de brevet n°

02405889.3



Der Präsident des Europäischen Patentamts;
Im Auftrag

For the President of the European Patent Office

Le Président de l'Office européen des brevets
p.o.

R C van Dijk



Europäisches
Patentamt

European
Patent Office

Office européen
des brevets

Anmeldung Nr:
Application no.: 02405889.3
Demande no:

Anmeldetag:
Date of filing: 17.10.02
Date de dépôt:

Anmelder/Applicant(s)/Demandeur(s):

Ciba Specialty Chemicals Holding Inc.
Klybeckstrasse 141
4057 Basel
SUISSE

Bezeichnung der Erfindung/Title of the invention/Titre de l'invention:
(Falls die Bezeichnung der Erfindung nicht angegeben ist, siehe Beschreibung.
If no title is shown please refer to the description.
Si aucun titre n'est indiqué se référer à la description.)

Verfahren zum Färben oder Bedrucken von textilen Fasermaterialien mit
Glanzpigmenten

In Anspruch genommene Priorität(en) / Priority(ies) claimed / Priorité(s)
revendiquée(s)
Staat/Tag/Aktenzeichen/State/Date/File no./Pays/Date/Numéro de dépôt:

Internationale Patentklassifikation/International Patent Classification/
Classification internationale des brevets:

D06P/

Am Anmeldetag benannte Vertragstaaten/Contracting states designated at date of
filing/Etats contractants désignées lors du dépôt:

AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC NL PT SE SK TR

Verfahren zum Färben oder Bedrucken von textilen Fasermaterialien mit Glanzpigmenten

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum Färben oder Bedrucken von Fasermaterial mit farbigen Glanzpigmenten nach dem Pigmentfärbe- oder Pigmentdruckverfahren.

Glanzpigmente sind Effektpigmente, das heisst reflektierende flache Teilchen, deren Strahlungsreflexion je nach Winkel zur flachen Oberfläche unterschiedlich hell ist und/oder ein anderes Reflexionsspektrum aufweist. In einer mit Effektpigmenten lackierten Oberfläche, zum Beispiel, pflegen die Effektpigmentteilchen sich innerhalb der Lackierung weitgehend parallel zur Oberfläche zu richten, so dass die von einer fixen weissen Lichtquelle beleuchtete, farbige Lackoberfläche je nach Ansichtswinkel und Beschaffenheit des Effektpigments verschiedene Farben aufweisen kann.

Das auf ein Effektpigment auffallende Licht wird zum grössten Teil reflektiert, aber auch zum kleineren Teil absorbiert. Durch das Aufbringen dünner Schichten auf dem flachen Pigmentkern entstehen Interferenzphänomene, wobei die Intensität und das Spektrum des reflektierten Strahles je nach Einfalls- und Betrachtungswinkel variieren.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zum Färben oder Bedrucken von textilen Fasermaterialien, worin man ein Glanzpigment A oder B verwendet, umfassend

A(a) einen aus einem im wesentlichen transparenten oder metallisch reflektierenden Material bestehenden Kern, und

A(b) mindestens eine im wesentlichen aus einem oder mehreren Siliciumoxiden bestehende Beschichtung, wobei das molare Verhältnis von Sauerstoff zu Silicium im Mittelwert von 0,03 bis 0,95 beträgt, oder

B(a) einen im wesentlichen aus einem oder mehreren Siliciumoxiden bestehenden Kern wobei das molare Verhältnis von Sauerstoff zu Silicium im Mittelwert von 0,03 bis 0,95 beträgt.

Die erfindungsgemäss verwendeten Glanzpigmente A oder B sind im allgemeinen Teilchen, die eine Länge von 2 μm bis 5 μm , Breite von 2 μm bis 2 μm und Dicke von 20 nm bis 1,5 μm sowie einem Verhältnis Länge zu Dicke von mindestens 2 : 1 aufweisen, wobei die Teilchen einen Kern mit zwei im wesentlichen parallelen Flächen besitzen, deren Abstand die kürzeste Achse des Kernes ist.

Im Fall der Glanzpigmente A besteht der Kern aus einem im wesentlichen transparenten oder metallisch reflektierenden Material auf dessen parallelen Flächen eine SiO_x -Schicht mit $0,03 \leq x \leq 0,95$ und gegebenenfalls weitere Schichten aufgebracht sind.

Im Fall der Glanzpigmente B ist der Kern aus SiO_x mit $0,03 \leq x \leq 0,95$ auf dessen parallelen Flächen gegebenenfalls eine oder mehrere weitere Schichten aufgebracht sind.

Die weiteren Schichten können die parallelen Flächen oder die gesamte Oberfläche bedecken.

Bevorzugt weist das erfindungsgemäss verwendete Glanzpigment A folgenden Schichtaufbau auf:

A(c) SiO_2 ,

A(b) mindestens eine im wesentlichen aus einem oder mehreren Siliciumoxiden bestehende Beschichtung, wobei das molare Verhältnis von Sauerstoff zu Silicium im Mittelwert von 0,03 bis 0,95 beträgt,

A(a) einen aus einem im wesentlichen transparenten oder metallisch reflektierenden Material bestehenden Kern, und

A(b) mindestens eine im wesentlichen aus einem oder mehreren Siliciumoxiden bestehende Beschichtung, wobei das molare Verhältnis von Sauerstoff zu Silicium im Mittelwert von 0,03 bis 0,95 beträgt,

A(c) SiO_2 ,

oder

A(d) eine aus einem beliebigen festen Material bestehende Beschichtung, deren Zusammensetzung von derjenigen der Beschichtung (b) verschieden ist,

A(c) SiO_2

A(b) mindestens eine im wesentlichen aus einem oder mehreren Siliciumoxiden bestehende Beschichtung, wobei das molare Verhältnis von Sauerstoff zu Silicium im Mittelwert von 0,03 bis 0,95 beträgt,

A(a) einen aus einem im wesentlichen transparenten oder metallisch reflektierenden Material bestehenden Kern, und

A(b) mindestens eine im wesentlichen aus einem oder mehreren Siliciumoxiden bestehende Beschichtung, wobei das molare Verhältnis von Sauerstoff zu Silicium im Mittelwert von 0,03 bis 0,95 beträgt,

A(c) SiO_2 ,

A(d) eine aus einem beliebigen festen Material bestehende Beschichtung, deren Zusammensetzung von derjenigen der Beschichtung (b) verschieden ist.

Besteht der Kern A(a) aus einem metallisch reflektierenden Material, so wird dieses Material bevorzugt aus Ag, Al, Au, Cu, Cr, Ge, Mo, Ni, Si, Ti, Zn, deren Legierungen, Graphit, Fe_2O_3 oder MoS_2 ausgewählt. Besonders bevorzugt ist Al.

Besteht der Kern A(a) aus einem transparenten Material, so wird das Material bevorzugt aus Glimmer, SiO_y , wobei y 0,95 bis 1,8 ist, SiO_2 oder $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ -Gemischen ausgewählt. Besonders bevorzugt ist SiO_y oder Siliciumdioxid.

Das Material der Beschichtung A(d) ist vorteilhaft ein Metalloxid, wie zum Beispiel TiO_2 , ZrO_2 , SiO , SiO_2 , SnO_2 , GeO_2 , ZnO , Al_2O_3 , V_2O_5 , Fe_2O_3 , Cr_2O_3 , PbTiO_3 oder CuO , oder ein Gemisch davon.

In einer bevorzugten Ausführungsform weist das erfindungsgemäss verwendete

Glanzpigment A den folgenden Schichtaufbau auf: $\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{SiO}_y/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2$, $\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2$, $\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{Al}/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2$, $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ oder $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{Al}/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$, wobei x 0,03 bis 0,95 und y 0,95 bis 1,8 ist.

Der Kern A(a) ist ein Plättchen mit einem durchschnittlichen Durchmesser von 1 bis $50\mu\text{m}$ und einer Dicke von 20 bis 500 nm.

Die Dicke der SiO_x -Schicht A(b) beträgt im allgemeinen 5 bis 200 nm, bevorzugt 5 bis 100 nm.

Die Dicke der SiO_2 -Schicht A(c) beträgt im allgemeinen 1 bis 200 nm, bevorzugt 2 bis 100 nm.

Die Dicke der TiO_2 -Schicht A(d) beträgt im allgemeinen 1 bis 200 nm, bevorzugt 10 bis 150 nm.

Vorzugsweise weisen die spiegelbildlich zum Kern, Al, SiO_y oder SiO_2 , angeordneten SiO_x , SiO_2 und TiO_2 -Schichten jeweils die gleiche Schichtdicke auf. In einer weiteren Ausgestaltung kann die Trägerschicht auf beiden Seiten von Metalloxiden umgeben sein, die eine unterschiedliche Schichtdicke aufweisen.

Besonders bevorzugt weist das erfindungsgemäss verwendete Glanzpigment A den folgenden Schichtaufbau auf: $\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{SiO}_y/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2$, $\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2$ oder $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$, wobei x 0,03 bis 0,95, vorzugsweise 0,05 bis 0,5 ist, und y 0,95 bis 1,8, vorzugsweise 1,1 bis 1,5 ist, der Kern ein Plättchen mit einem durchschnittlichen Durchmesser von 1 bis 50 μm und einer Dicke von 20 bis 500 nm ist, die Dicke der SiO_x -Schicht 5 bis 200 nm, bevorzugt 5 bis 100 nm beträgt, die Dicke der SiO_y oder SiO_2 -Schicht 1 bis 200 nm, bevorzugt 2 bis 100 nm beträgt und die Dicke der TiO_2 -Schicht 1 bis 180 nm, bevorzugt 50 bis 160 nm beträgt.

Die plättchenförmigen bzw. planparallelen Glanzpigmente A mit einem Kern A(a) aus SiO_y mit $0,95 \leq y \leq 1,8$, vorzugsweise mit $1,1 \leq y \leq 1,5$ werden mittels einem Verfahren erhalten, das die folgenden Schritte umfasst:

- i) Aufdampfen eines Trennmittels auf einen (beweglichen) Träger zur Erzeugung einer Trennmittelschicht,
 - ii) Aufdampfen einer SiO_x -Schicht auf die Trennmittelschicht ($0,03 \leq x \leq 0,95$),
 - iii) Aufdampfen einer SiO_y -Schicht ($0,95 \leq y \leq 1,8$) auf die in Schritt ii) erhaltene SiO_x -Schicht,
 - iv) Aufdampfen einer SiO_x -Schicht ($0,03 \leq x \leq 0,95$) auf die in Schritt iii) erhaltene SiO_y -Schicht,
 - v) Lösen der Trennmittelschicht in einem Lösungsmittel,
 - vi) Abtrennen des Glanzpigments vom Lösungsmittel,
- wobei die SiO_y -Schicht in Schritt iii) aus einem Verdampfer aufgedampft wird, in welchem eine Beschickung, umfassend ein Gemisch aus Si und SiO_2 , SiO_y sowie Gemischen davon, vorliegt, und die SiO_x -Schicht aus einem Verdampfer aufgedampft wird, der mit Silicium beschickt ist.

Durch das vorstehend genannte Verfahren sind Glanzpigmente A verfügbar, die im Vergleich zu natürlichen Glimmer-Effektpigmenten, aber auch im Nassverfahren hergestellten

Effektpigmenten, hohe Planparallelität und definierte Dicke im Bereich von ± 10 , bevorzugt ± 5 % der durchschnittlichen Dicke aufweisen.

Das auf dem Träger kondensierte Trennmittel kann ein Lack, ein in organischen Lösungsmitteln oder Wasser löslicher, im Vakuum verdampfbarer, organischer Stoff, wie Anthracen, Anthrachinon, Acetamidophenol, Acetylsalicylsäure, Camphersäureanhydrid, Benzimidazol, Benzol-1,2,4-tricarbonsäure, Biphenyl-2,2-dicarbonsäure, Bis(4-hydroxyphenyl)-sulfon, Dihydroxyanthrachinon, Hydantoin, 3-Hydroxybenzoesäure, 8-Hydroxychinolin-5-sulfonsäure-monohydrat, 4-Hydroxycumarin, 7-Hydroxycumarin, 3-Hydroxynaphthalin-2-carbonsäure, Isophthalsäure, 4,4-Methylen-bis-3-hydroxynaphthalin-2-carbonsäure, Naphthalin-1,8-dicarbonsäureanhydrid, Phthalimid und dessen Kaliumsalz, Phenolphthalein, Phenothiazin, Saccharin und seine Salzen, Tetraphenylmethan, Triphenylen, Triphenylmethanol oder eine Mischung aus mindestens zwei dieser Stoffe, sein. Bevorzugt ist das Trennmittel ein wasserlösliches, im Vakuum verdampfbares, anorganisches Salz (siehe beispielsweise DE 198 44 357), wie Natriumchlorid, Kaliumchlorid, Lithiumchlorid, Natriumfluorid, Kaliumfluorid, Lithiumfluorid, Calciumfluorid, Natriumaluminiumfluorid und Dinatriumtetraborat.

Die SiO_y -Schicht wird erhalten, indem ein vorzugsweise stöchiometrisches Gemisch aus feinem Silizium- und Quarzpulver (SiO_2) in einem Verdampfer, der beispielsweise in DE 43 42 574 C1 und in US 6 202 591 beschrieben ist, auf mehr als 1300°C im Hochvakuum erhitzt wird. Das Reaktionsprodukt ist Siliziummonoxidgas, das unter Vakuum direkt auf den vorbeilaufenden Träger gelenkt und dort als SiO kondensiert wird. Auch nicht-stöchiometrische Gemische können verwendet werden. Im Verdampfer liegt eine Beschickung, umfassend ein Gemisch aus Si und SiO_2 , SiO_y , sowie Gemischen davon, vor, wobei die Teilchengröße der miteinander reagierenden Substanzen (Si und SiO_2) zweckmäßig kleiner als 0,3 mm ist. Das Gewichtsverhältnis von Si zu SiO_2 liegt zweckmäßig im Bereich von 0,15:1 bis 0,75:1 (Gewichtsteile), vorzugsweise liegt ein stöchiometrisches Gemisch vor. Im Verdampfer vorhandenes SiO_x verdampft direkt. Si und SiO_2 reagieren bei einer Temperatur von mehr als 1300°C zu Siliziummonoxiddampf.

Erfindungsgemäß wird Schritt v) bei einem Druck durchgeführt, der höher als der Druck in den Schritten i) bis iv) und niedriger als der Atmosphärendruck ist.

Der (bewegliche) Träger weist vorzugsweise ein oder mehrere geschlossene Metallbänder mit oder ohne Polymer-Beschichtung oder ein oder mehrere Polyimid- oder Polyethylenterephthalatbänder auf. Der (bewegliche) Träger kann ferner ein oder mehrere um eine Achse rotierende Scheiben, Zylinder oder andere rotationssymmetrische Körper aufweisen.

Die Glanzpigmente werden vom Lösemittel des Trennmittels vorzugsweise durch Auswaschen und nachfolgendes Filtrieren, Sedimentieren, Zentrifugieren, Dekantieren oder Eindampfen getrennt. Die Glanzpigmente können ferner nach dem Auswaschen des im Lösemittel enthaltenden, gelösten Trennmittels zusammen mit dem Lösemittel eingefroren werden und nachfolgend einem Prozess der Gefriertrocknung unterzogen werden, wobei das Lösemittel durch Sublimation unterhalb des Tripelpunktes abgetrennt wird und das trockene Produkt in Form von einzelnen planparallelen Körpern zurückbleibt.

Das ausgehend von verdampften SiO auf dem beweglichen Träger kondensierte Silizium-Suboxid entspricht der Formel SiO_y mit $0,95 \leq y \leq 1,8$, vorzugsweise mit $1,1 \leq y \leq 1,5$, wobei y-Werte von weniger als 1 durch einen Siliziumüberschuss im Verdampfermaterial erzielt werden. Verdampftes SiO kondensiert, außer im Ultrahochvakuum, bei technischen Vakua von einigen 10^{-2} Pa immer als SiO_y mit $1 \leq y \leq 1,8$, insbesondere mit $1,1 \leq y \leq 1,5$, da durch Ausgasung von Oberflächen in Hochvakuumapparaturen immer noch Spuren von Wasserdampf vorhanden sind, welche mit dem reaktionsfreudigen SiO bei Verdampfungstemperatur reagieren. Die SiO_y -Schichten können mittels einer oxidativen Wärmebehandlung in SiO_2 -Schichten umgewandelt werden.

Verdampft man bei technischen Vakua von einigen 10^{-2} Pa Si anstatt von SiO erhält man Siliciumoxide mit niedrigerem als äquimolaren Sauerstoffgehalt, das heisst SiO_x mit $0,03 \leq x \leq 0,95$, insbesondere $0,05 \leq x \leq 0,5$, ganz speziell $0,1 \leq x \leq 0,3$, die eine erstaunlich hohe Oxydationsstabilität bei hohem Brechungsindex aufweisen, auch in dünnen Schichten. Erhitzen in Gegenwart von Sauerstoff bei 150-500°C, bevorzugt von 175 bis 300°C, führt unerwartet zu einer sehr dünnen, zum Beispiel etwa 20 nm dicken oberflächlichen Siliciumdioxidschicht, was eine sehr bequeme Methode darstellt, Strukturen mit der Schichtenfolge $\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2$ herzustellen. Werden dickere Siliciumdioxidschichten erwünscht, so lassen sich diese bequem wie vorstehend

beschrieben durch Aufdampfen von SiO_y und oxidative Wärmebehandlung desselben herstellen.

Im einzelnen werden auf einen an den Verdampfern unter einem Vakuum von $<0,5 \text{ Pa}$ vorbeilaufenden Träger, der ein geschlossenes Metallband sein kann, nacheinander ein Salz, zum Beispiel NaCl , gefolgt von den Schichten aus SiO_x und SiO_y aufgedampft, wobei die aufgedampften Dicken von Salz bei etwa 20 bis 100 nm, bevorzugt bei 30 bis 60 nm liegen. Auf seinem weiteren Weg läuft der bandförmige, zu einer Schleife geschlossene Träger durch dynamische Vakuumschleusen bekannter Bauart (vgl. US 6 270 840) in einen Bereich mit 1 bis $5 \times 10^4 \text{ Pa}$, vorzugsweise 600 bis 10^5 Pa und insbesondere 10^3 bis $5 \times 10^3 \text{ Pa}$ Druck und taucht dort in ein Ablösebad ein. Dabei sollte die Temperatur des Lösungsmittels so gewählt werden, dass sein Dampfdruck im genannten Druckbereich liegt. Durch mechanische Unterstützung löst sich die Trennmittelschicht schnell auf und die Produktschicht zerfällt zu Flocken, die nun als Suspension im Lösungsmittel vorliegen. Auf seinem weiteren Weg wird das Band getrocknet und von noch anhaftenden Verunreinigungen befreit. Es läuft durch eine zweite Gruppe von dynamischen Vakuumschleusen zurück in den Bedampfungsraum, wo sich der Beschichtungsprozess mit Trennmittel und Produktschicht wiederholt.

Die in beiden Fällen nun vorliegende Suspension aus Produktkörpern, Lösemittel und darin gelöstem Trennmittel wird nun nach bekannter Technik in einem weiteren Arbeitsgang getrennt. Hierzu wird der Produktkörper zuerst in der Flüssigkeit konzentriert und mehrmals mit frischem Lösemittel gespült, um das gelöste Trennmittel auszuwaschen. Danach wird durch Filtrieren, Sedimentieren, Zentrifugieren, Dekantieren oder Eindampfen das Produkt, das als noch nasser Feststoff vorliegt, abgetrennt.

Das Produkt kann nach dem Trocknen einer oxidativen Wärmebehandlung unterzogen werden, wobei SiO_y zu SiO_2 umgewandelt wird. Hierzu stehen bekannte Verfahren zur Verfügung. Die planparallelen Körper werden mehrere Stunden als Schüttgut oder in einem Fließbett bei einer Temperatur von mehr als 200°C , vorzugsweise von mehr als 400°C und insbesondere 500 - 1000°C , mit Luft oder einem anderen sauerstoffhaltigen Gas durchströmt. Das Produkt kann nun durch Mahlen, Windsichten auf die gewünschte Teilchengröße gebracht werden und seiner weiteren Verwendung zugeführt werden.

Es ist möglich, in der Verdampfungszone die Verdampfer von Trennmittel und Produkt mehrfach hintereinander in Bandlaufrichtung anzuordnen. Dadurch entsteht bei geringem apparativen Mehraufwand eine Schichtenfolge von T + P + T + P, wobei T die Trennmittelschicht und P die Produktschicht bedeuten. Bei doppelter Verdampferzahl und gleicher Bandgeschwindigkeit entsteht die doppelte Produktmenge.

Die Abtrennung der planparallelen Körper nach dem Auswaschen an Atmosphäre lässt sich schonend durchführen, indem die auf ca. 50% Festkörpergehalt aufkonzentrierte Suspension eingefroren wird und in bekannter Weise einer Gefriertrocknung bei etwa -10°C und 50 Pa Druck unterzogen wird. Zurück bleibt die trockene Substanz als Produkt, welches den Stufen der Weiterverarbeitung durch Beschichten oder chemische Umwandlung unterzogen werden kann.

Statt eines geschlossenen Bandes ist es möglich, das Produkt herzustellen, indem in einer Apparatur ein Rotationskörper die Schritte der Bedampfung mit Trennmittel und SiO_2 , dem Ablösen und Trocknen des Trägers nach DE 199 52 032 durchgeführt werden. Der Rotationskörper kann hierbei eine oder mehrere Scheiben, ein Zylinder oder ein sonstiger rotationssymmetrischer Körper sein.

Das vorstehend beschriebene Verfahren ermöglicht die Herstellung von Glanzpigmenten mit hoher Produktionsrate, das sehr gute Haltbarkeitseigenschaften aufweist und sich durch eine breite Palette möglicher Farbtöne bei hoher Farbsättigung und Deckkraft auszeichnet.

Die gemäss dem vorbeschriebenen Verfahren hergestellten Glanzpigmente haben insbesondere eine hohe Farbreinheit und Glanz und sind sehr scherstabil. Die vom Träger abgelösten Pigmentplättchen weisen untereinander weitgehend identische und reproduzierbare optische Eigenschaften, wie beispielsweise den gleichen Farbton bei der Betrachtung aus einem bestimmten Blickwinkel, auf, da die Dicke der Farben leicht einstellbar ist.

Die optionale Beschichtung mit TiO_2 kann zu intensiveren Farben führen und wird vorzugsweise nasschemisch aufgefällt.

Die Titanoxidschichten sind beispielsweise in Analogie zu einem in DE 195 01 307 beschriebenen Verfahren erhältlich, indem man die Titanoxidschicht durch kontrollierte Hydrolyse von einen oder mehreren Titansäureestern gegebenenfalls in Gegenwart eines organischen Lösungsmittels und eines basischen Katalysators mittels eines Sol-Gel-Prozesses erzeugt. Geeignete basische Katalysatoren sind beispielsweise Amine, wie Triethylamin, Ethylendiamin, Tributylamin, Dimethylethanolamin oder Methoxypropylamin. Das organische Lösungsmittel ist ein mit Wasser mischbares organisches Lösungsmittel, wie ein C₁₋₄-Alkohol, insbesondere Isopropanol.

Geeignete Titansäureester werden aus der Alkyl- und Arylalkoholate, Carboxylate, mit Carboxylresten oder Alkylresten oder Arylresten substituierte Alkylalkoholate oder Carboxylate von Titan umfassenden Gruppe ausgewählt. Bevorzugt wird Tetraisopropyltitanat verwendet. Des weiteren können Acetylacetonate und Acetoacetylacetonate von Titan, wie Titanacetylacetonat, eingesetzt werden. Gemäss einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird für das Aufbringen der Titandioxidschichten das in US 3 553 001 beschriebene Verfahren verwendet.

Zu einer auf etwa 50-100°C, insbesondere 70-80°C erhitzten Suspension des zu beschichtenden Materials wird langsam eine wässrige Titansalzlösung zugegeben, und es wird durch gleichzeitiges Zudosieren einer Base, wie z.B. wässrige Ammoniaklösung oder wässrige Alkalilauge, ein weitgehend konstanter pH-Wert von etwa 0,5 bis 5, insbesondere etwa 1,2 bis 2,5 eingehalten. Sobald die gewünschte Schichtdicke der TiO₂-Fällung erreicht ist, wird die Zugabe der Titansalzlösung und der Base gestoppt.

Dieses, auch als Titrationsverfahren bezeichnete Verfahren zeichnet sich dadurch aus, dass ein Überschuss an Titansalz vermieden wird. Das wird dadurch erreicht, dass man pro Zeiteinheit nur eine solche Menge der Hydrolyse zuführt, die für die gleichmässige Beschichtung mit dem hydratisierten TiO₂ erforderlich ist und die pro Zeiteinheit von der verfügbaren Oberfläche der zu beschichtenden Teilchen aufgenommen werden kann. Auf der Oberfläche des Ausgangspigments, bildet sich grundsätzlich die Anatas-Modifikation des TiO₂. Durch Zusatz von geringen Mengen SnO₂ kann jedoch die Rutilstruktur erzwungen werden. Beispielsweise kann, wie in WO 93/08237 beschrieben, vor der Titandioxidfällung Zinndioxid abgeschieden werden.

Auf die Titandioxidschicht kann gegebenenfalls eine SiO_2 -Schutzschicht aufgebracht werden, wofür das folgende Verfahren angewendet werden kann: Zu einer auf etwa 50-100°C, insbesondere 70-80°C erhitzten Suspension des zu beschichtenden Materials wird eine Natronwasserglaslösung zudosiert. Durch gleichzeitige Zugabe von 10 %-iger Salzsäure wird der pH-Wert bei 4 bis 10, vorzugsweise bei 6,5 bis 8,5 gehalten. Nach Zugabe der Wasserglaslösung wird noch 30 Minuten nachgerührt.

Zu farbstärkeren und transparenteren Pigmenten kann man kommen, wenn man auf die TiO_2 -Schicht ein Metalloxid mit niedrigem Brechungsindex, wie SiO_2 , Al_2O_3 , AlOOH , B_2O_3 oder eine Mischung daraus, bevorzugt SiO_2 aufbringt, und auf letztere Schicht nochmals eine TiO_2 -Schicht aufbringt.

Es ist weiterhin möglich, das fertige Pigment einer Nachbeschichtung oder Nachbehandlung zu unterziehen, die die Licht-, Wetter- und chemische Stabilität weiter erhöht, oder die Handhabung des Pigments, insbesondere die Einarbeitung in unterschiedliche Medien, erleichtert. Als Nachbehandlung bzw. Nachbeschichtung kommen beispielsweise die in DE 22 15 191, DE 31 51 354, DE 32 35 017 oder DE 33 34 598 beschriebenen Verfahren in Frage.

Der Kern B(a) von Glanzpigment B weist bevorzugt eine Dicke von 20 bis 350 nm auf.

Auf den parallelen Flächen des Kerns B(a) von Glanzpigment B aus SiO_x sind gegebenenfalls eine oder mehrere weitere Schichten aufgebracht.

In einer Ausführungsform des erfindungsgemäss verwendeten Glanzpigments B ist auf dem Kern B(a) eine Schicht B(b) mit einer Dicke von 0 bis 500 nm aufgebracht, die 17 bis 51 Atom-% Silicium enthält, das an über 95 Atom-% Sauerstoff, bezogen auf 100 Atom-% Silicium, gebunden ist.

In weiteren Ausführungsformen des erfindungsgemäss verwendeten Glanzpigments B ist entweder direkt auf dem Kern B(a) oder auf der Schicht B(b) der vorgenannten Ausführungsform eine Schicht B(c) mit einer Dicke von 0 bis 300 nm aufgebracht, die eine Transparenz von 50 bis 100% und einen komplexen Brechungsindex $n + ik$ entsprechend der Bedingung $\sqrt{n^2 + k^2} \geq 1,5$ bei der Wellenlänge der maximalen sichtbaren Reflexion der

Teilchen aufweist, und im wesentlichen aus Kohlenstoff, einer organischen Verbindung, einem Metall, einem Dielektrikum oder einem Gemisch davon besteht.

Die Schichten B(b) und/oder B(c) sind bevorzugt symmetrisch um den Kern B(a) angeordnet, sowohl bezüglich der Zusammensetzung als auch der Schichtdicke.

Zusätzlich zu den gegebenenfalls vorhandenen Schichten B(b) und/oder B(c) können noch weitere Schichten vorhanden sein.

Bevorzugt enthalten die erfindungsgemäss verwendeten Glanzpigmente B Teilchen mit mindestens einer Schicht B(b) und B(c), bevorzugt Teilchen mit mindestens einer Schicht B(b) und insbesondere auch solche mit sowohl einer Schicht B(c) als auch einer Schicht B(b). Besonders bevorzugt sind daher Teilchen mit der Schichtenfolgen B(b) – B(a) – B(b) und B(c) – B(b) – B(a) – B(b) – B(c).

Die Glanzpigmentteilchen B weisen bevorzugt Längen und Breiten von 5 bis 20 µm sowie Dicken von 60 nm bis 1,0 µm auf.

Der Kern B(a) enthält vorzugsweise 60 bis 93 Atom-% und insbesondere 65 bis 91 Atom-% Silicium. Das Silicium im Kern B(a) ist vorzugsweise an 5 bis 50 Atom-% Sauerstoff und insbesondere an 10 bis 30 Atom-% Sauerstoff gebunden, bezogen auf 100 Atom-% Silicium.

Die Schicht B(b) hat vorzugsweise eine Dicke von 20 bis 250 nm und enthält vorzugsweise 20 bis 40 Atom-% Silicium, das an über 150 Atom-% Sauerstoff, pro 100 Atom-% Silicium, insbesondere 30 bis 36 Atom-% Silicium, das an über 178 Atom-% Sauerstoff, pro 100 Atom-% Silicium, gebunden ist. Besonders bevorzugt besteht die Schicht B(b) zu mindestens 90 Atom-% aus SiO₂.

Die Schicht B(c) weist vorzugsweise eine Dicke von 20 bis 200 nm und insbesondere von 30 bis 100 nm auf.

Die Schichten B(b) und B(c) sind nicht notwendig, bieten dennoch, sowohl einzeln als auch in Kombination, Vorteile bezüglich Koloristik und Stabilität. Auf die besagten Schichten können gegebenenfalls weitere Schichten aufgebracht werden. Die Schicht B(c) bietet

insbesondere dann interessante praktische Vorteile, wenn sie als letzte Schicht im Aufdampfungsverfahren aufgebracht oder unmittelbar nach der Aufdampfung gebildet wird. Weitere Schichten können dann mit einfacheren, beispielsweise chemischen Methoden aufgebracht werden.

Es können auch Teilchen z.B. mit der Schichtenfolge B(c) – B(a) – B(c) hergestellt werden. Nützliche Materialien für die Schicht B(c) sind zum Beispiel Metalle wie Ag, Al, Au, Cu, Co, Cr, Fe, Ge, Mo, Nb, Ni, Si, Ti, V, deren Legierungen, anorganische oder organische Pigmente oder Farbmittel, Graphit und Graphit-ähnliche Verbindungen wie in EP 0 982 376 offenbart, Metalloxide wie MoS_2 , TiO_2 , ZrO_2 , SiO , SiO_2 , SnO_2 , GeO_2 , ZnO , Al_2O_3 , V_2O_5 , Fe_2O_3 , Cr_2O_3 , PbTiO_3 oder CuO sowie Gemische davon. Die Schicht B(c) kann aber auch beispielsweise aus einem beliebigen der vielen, dem Fachmann ebenfalls bestens bekannten dielektrischen Materialien bestehen, deren spezifischer elektrischer Widerstand nach der üblichen Definition mindestens $10^{10} \Omega \cdot \text{cm}$ beträgt.

Die Transparenz der Schicht B(c) beträgt zweckmässig mindestens 50%, entsprechend einer Reflektivität von maximal 50%. Mit einem Metall weiss der Fachmann dies mit entsprechend dünnen Schichten zu erreichen, zum Beispiel mit bis zu etwa 3 nm Al oder Au oder bis etwa 10 nm Co oder Cu. Bei farblosen oder farbigen Dielektrika sind grössere Dicken möglich.

Siliciumoxide mit niedrigerem als äquimolaren Sauerstoffgehalt (SiO_x mit $0,03 \leq x \leq 0,95$, insbesondere $0,05 \leq x \leq 0,5$, ganz speziell $0,1 \leq x \leq 0,3$) weisen eine erstaunlich hohe Oxydationsstabilität bei hohem Brechungsindex auf, auch in dünnen Schichten. Hydrolyse oder Erhitzen in Gegenwart von Sauerstoff bei 150-500°C, bevorzugt von 200 bis 300°C, führt unerwartet zu einer sehr dünnen, zum Beispiel etwa 20 nm dicken oberflächlichen Siliciumdioxidschicht, was eine sehr bequeme Methode darstellt, Strukturen mit der Schichtenfolge B(b) – B(a) – B(b) herzustellen. Werden dickere Siliciumdioxidschichten erwünscht, so lassen sich diese bequem analog zur Methode des zweiten Ausführungsbeispiel von WO 00/43565 durch Aufdampfung von Siliciummonoxid und anschliessendem Tempern herstellen. Vorteilhaft ist dabei, dass die unter dem Siliciummonoxid liegende Schicht aus Siliciumoxid mit niedrigerem als äquimolaren Sauerstoffgehalt unverändert bleibt.

Auf Strukturen mit der Schichtenfolge B(b) – B(a) – B(b) können anschliessend weitere Schichten aufgebracht werden, zum Beispiel um B(c) – B(b) – B(a) – B(b) – B(c) zu erhalten, welche besonders bequem durch nasschemische Aufbringung einer Schicht B(c) auf Strukturen mit der Schichtenfolge B(b) – B(a) – B(b) hergestellt werden können.

Der Kern B(a) wird beispielsweise durch Aufdampfung auf ein später leicht herauslösbares Medium hergestellt, wie beispielsweise in DE 19 844 357, EP 0 990 715, US 5 135 812, US 6 270 840, WO 93/08237, WO 00/18978, WO 01/57287 oder einer der darin zitierten Referenzen offenbart. Bei der Aufdampfung des Kernes B(a) verwendet man dabei zweckmässig metallisches Silicium, welches nicht von hoher Reinheit sein muss. Vorzugsweise verwendet man Silicium mit einem Gehalt von weniger als 99,999 Gew.-% Si, beispielsweise von 50 bis 99,9 Gew.-% Si, besonders bevorzugt von 55 bis 99 Gew.-% Si, ganz besonders bevorzugt von 60 bis 98 Gew.-% Si, insbesondere von 65 bis 90 Gew.-% Si. Verunreinigungen können anwesend sein, zum Beispiel Elemente der Hauptgruppen 13, 14 und 15 und/oder Übergangselemente, wie Fe, Al, Ge, Sn und/oder Sb.

Die Schichten B(b) oder B(c) können beispielsweise ebenfalls durch Aufdampfung hergestellt werden, wobei man in diesem Fall bei symmetrischen Strukturen mit Aufdampfung der Schicht B(c) oder B(b) beginnt, worauf der Kern und dann wieder eine Schicht B(b) oder B(c) aufgedampft werden.

Vorteilhaft wird das Aufdampfen und die Isolierung der aufgedampften Schichten gemäss dem oben für die Glanzpigmente A beschriebenen Verfahren durchgeführt.

Glanzpigmente A und B sind in der US 5 766 335, der Schweizer Patentanmeldung Nr. 1334/02 und der europäischen Patentanmeldung Nr. EP 02 405 749.9 beschrieben.

Glanzpigmente A und B können im erfindungsgemässen Verfahren allein oder in Mischung verwendet werden. Es können auch Mischungen der Glanzpigmente A und/oder B mit anderen Effektpigmenten verwendet werden.

Die erfindungsgemäss verwendeten Glanzpigmente sind goniochromatisch und ergeben brillante, hochgesättigte (leuchtende) Farben. Sie eignen sich deshalb ganz besonders gut zur Kombination mit üblichen, transparenten Pigmenten, zum Beispiel mit organischen

Pigmenten, wie beispielsweise Diketopyrrolopyrrolen, Chinacridonen, Dioxazinen, Perylenen, Isoindolinonen, usw. Das transparente Pigment kann dabei eine ähnliche Farbe wie das Effektpigment besitzen. Besonders interessante Kombinationseffekte ergeben sich aber in Analogie beispielsweise zu EP 0 388 932 oder EP 0 402 943, wenn die Farbe des transparenten Pigments und diejenige des Effektpigments komplementär sind.

Die Durchführung des erfindungsgemässen Verfahrens erfolgt gemäss den bekannten Textilfärbe- und Druckverfahren mit üblichen Pigmenten, wie z.B. in Textile Chemist and Colorist 25 (1993) 31-37 beschrieben.

Die Glanzpigmente und die gegebenenfalls damit kombinierten üblichen Pigmente werden zweckmässigerweise in den Färbepreparationen, z.B. Färbeflotten oder Druckpasten, in dispergierter Form eingesetzt.

Bei der Dispergierung der erfindungsgemäss verwendeten Effektpigmente sowie bei deren Verarbeitung werden bevorzugt Bedingungen eingehalten, unter welchen nur relativ schwache Scherkräfte auftauchen, so dass das Effektpigment nicht in kleinere Bruchstücke zerteilt wird. Die zulässige Scherkraft entspricht etwa derjenigen, welche für den Kern zulässig ist, dessen schonende Dispersion in ein hochmolekulares organisches Material dem Fachmann allgemein gut bekannt ist.

Zur Herstellung der Dispersionen können die üblichen Dispergiermittel, vorzugsweise nichtionogene Dispergiermittel, verwendet werden.

Als Bindemittel für das erfindungsgemässe Verfahren kommen die üblicherweise in der Textilfärberei und im Textildruck verwendeten Pigmentfarbstoffbinder, wie z.B. Binder auf Acrylat-, Urethan- oder Butadienbasis, in Betracht. Solche Bindemittel sind dem Fachmann bekannt.

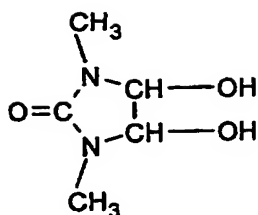
Geeignete Acrylatbinder sind beispielsweise Acrylpolymerisate, wie z.B. Poly(meth)acrylsäureester, oder Mischpolymerisate von (Meth)acrylsäureestern mit geeigneten Comonomeren, wie z.B. Acryl-, Methacryl-, Malein-, Fumar-, Itacon-, Mesacon-, Citracon-, Vinylessig-, Vinyloxyessig-, Vinylpropion-, Croton-, Aconit-, Allylessig-, Allyloxyessig-, Allylmalon-, 2-Acrylamido-2-methylpropansulfon-, Glutacon- oder

Allylbernsteinsäure oder mit Estern dieser Säuren, (Meth)acrylamid, N-Vinylpyrrolidon, N-Vinylformamid, N-Vinylacetamid, (Meth)acrolein, N-Vinyl-N-methylacetamid, Vinylcaprolactam, Styrolderivate oder Vinylphosphonsäure; Polyamidderivate; Kunstharzdispersionen; Mischpolymerisate auf Vinylbasis; Diamid-Aldehyd-Vorkondensate; Mischpolymerisate enthaltend N-Vinylactam oder Polymerisate auf Butadienbasis. Geeignete Acrylatbinder sind in wässrigem oder wassermischbare organische Lösungsmittel enthaltendem wässrigem Medium, gegebenenfalls unter Zusatz von Basen, löslich. Die besagten Acrylatbinder werden vorzugsweise als wässrige Formulierung verwendet. Solche Acrylatbinder sind im Handel in saurer oder in teilweise oder vollständig neutralisierter Form erhältlich, z.B. Primal®-(Rohm & Haas), Neocryl®-(NeoResins), Carbocet®-(BF Goodrich), Joncryl®-(Johnson Polymers) oder ALCOPRINT®-Binder (Ciba Spezialitätenchemie).

Gemäss einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung erfolgt die Herstellung der Färbepreparation, z.B. der Druckpaste bzw. des Färbebads, so, dass hierfür eine konzentrierte Formulierung, enthaltend das Glanzpigment und das Bindemittel, verwendet wird. Vorzugsweise handelt es sich hierbei um wässrige Formulierungen. Das Gewichtsverhältnis zwischen Glanzpigment und Bindemittel beträgt vorzugsweise 1:1 bis 1:50, insbesondere 1:1 bis 1:10. Besonders bevorzugt ist ein Gewichtsverhältnis von 1:1 bis 1:5. Das Glanzpigment ist in der Formulierung vorzugsweise in einer Menge von 2 bis 80 g/kg, insbesondere in einer Menge von 5 bis 50 g/kg enthalten. Das Bindemittel ist in der Formulierung vorzugsweise in einer Menge von 20 bis 200 g/kg, insbesondere in einer Menge von 30 bis 150 g/kg enthalten.

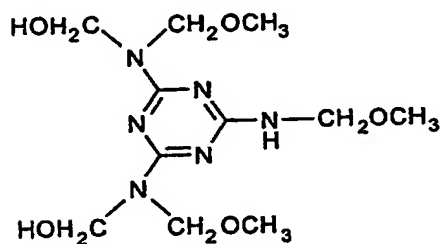
Die Färbepreparation kann noch weitere, beispielsweise im Pigmentdruck üblicherweise verwendete Hilfsmittel, z.B. Vernetzer, enthalten.

Als Vernetzer eignen sich z.B. wasserlösliche Melamin-, Formaldehyd-Melamin- und Formaldehyd-Harnstoffharze oder Vorkondensate, wie Trimethylolmelamin, Hexamethylolmelamin oder Dimethylolharnstoff oder wasserlösliche Formaldehyd-(Vor)kondensationsprodukte mit Formamid, Thioharnstoff, Guanidin, Cyanamid, Dicyandiamid und/oder wasserlöslichen organischen Sulfonaten wie z.B. Natriumsalz der Naphthalinsulfonsäure, oder Glyoxal-harnstoffderivate, wie z.B. die Verbindung der Formel

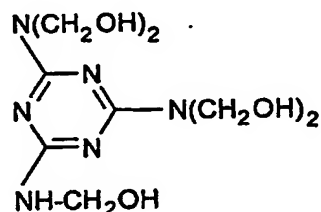


und vor allem N-Methylolderivate von stickstoffhaltigen Verbindungen wie z.B. gegebenenfalls veretherte Melamin/Formaldehyd-Kondensationsprodukte oder N-Methylol-Harnstoff Verbindungen.

Beispiele für die gegebenenfalls veretherte Melamin/Formaldehyd-Kondensationsprodukte sind die Verbindungen der Formeln

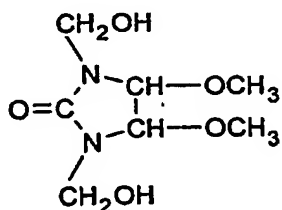
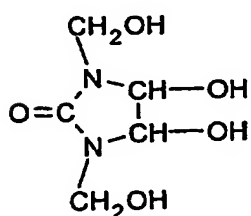


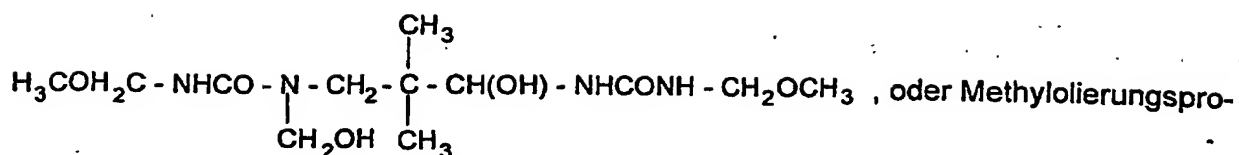
oder



Bei den gegebenenfalls veretherten N-Methylol-Harnstoff-Verbindungen handelt es sich z.B. um, gegebenenfalls, nachträglich veretherte Umsetzungsprodukte von Formaldehyd mit Harnstoff oder Harnstoffderivaten, wobei als Harnstoffderivate beispielsweise cyclische Ethylen- oder Propylen-Harnstoffe, die in der Alkylengruppe auch Substituenten wie Hydroxylgruppen enthalten können, Urone oder gegebenenfalls substituierte Triazonharze in Frage kommen.

Beispiele für entsprechende N-Methylol-Harnstoff-Verbindungen sind gegebenenfalls modifizierte N-Methylol-Hydroxyethylenharnstoff-Produkte, z.B. die Verbindungen der Formel





dukte auf Basis von Propylenharnstoff oder Ethylenharnstoff/Melamin.

Bevorzugte Vernetzer sind gegebenenfalls modifizierte N-Methylol-Hydroxyethylenharnstoff-Verbindungen, Methylolierungsprodukte auf Basis von Propylenharnstoff oder Ethylenharnstoff/Melamin und insbesondere gegebenenfalls veretherte Melamin/Formaldehyd-Kondensationsprodukte. Es können auch Mischungen von zwei oder mehreren verschiedenen wasserlöslichen Vernetzern verwendet werden, z.B. eine aus einem unverätherten und einem nur teilweise verätherten Melamin/Formaldehyd-Kondensationsprodukt bestehende Mischung.

Geeignete Vernetzer sind im Handel z.B. unter der Bezeichnung ALCOPRINT® (Ciba Spezialitätenchemie) bekannt.

Gewünschtenfalls können noch Vernetzungskatalysatoren verwendet werden.

Als Vernetzungskatalysatoren kommen für das erfindungsgemäße Verfahren z.B. alle üblicherweise als Katalysator für die Knitter- und Krumpfreiausrüstung verwendeten Mittel in Frage, wie sie aus dem Textilhilfsmittelkatalog 1991, Konradin Verlag R. Kohlhammer, Leinfelden-Echterdingen 1991, bekannt sind. Beispiele für geeignete Vernetzungskatalysatoren sind anorganische Säuren, z.B. Phosphorsäure; Lewis-Säuren, z.B. Zinkchlorid, Zirkonoxychlorid, NaBF_4 , AlCl_3 , MgCl_2 ; Ammoniumsalze, z.B. Ammoniumsulfat, Ammoniumchlorid; oder Hydrohalogenide, insbesondere Hydrochloride organischer Amine, z.B. $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CH}_3 \cdot \text{HCl}$. Bevorzugt ist die Verwendung von Ammoniumsalzen oder magnesiumhaltigen Lewis-Säuren und insbesondere von Ammoniumchlorid oder Magnesiumchlorid.

Zur Erhöhung der Geschmeidigkeit des gefärbten oder bedruckten Fasermaterials und damit zur Erzielung eines bestimmten Griffcharakters können die erfindungsgemäss verwendeten Färbepreparationen noch zusätzlich ein Weichgriffmittel enthalten. Weichgriffmittel sind in der Textilindustrie bekannt. Es handelt sich hierbei um nichtionogene, anionenaktive,

kationische oder amphotere Weichmacher. Eine Sonderstellung nehmen die Emulsionen von Siliconen, meist hochmolekulares α , ω -Dimethylpolysiloxan ein. Weichgriffmittel auf der Basis von Siliconemulsionen sind bevorzugt. Solche Weichgriffmittel sind im Handel z.B. unter der Bezeichnung AVIVAN® oder ULTRATEX® (Ciba Spezialitätenchemie) erhältlich.

Gewünschtenfalls kann die Färbepreparation noch Säurespender wie Butyrolacton oder Natriumhydrogenphosphat, Konservierungsmittel, Sequestriermittel, Emulgatoren, wasserunlösliche Lösungsmittel, Oxidationsmittel oder Entlüftungsmittel enthalten.

Als Konservierungsmittel kommen in Betracht vor allem formaldehydabgebende Mittel, wie z.B. Paraformaldehyd und Trioxan, vor allem wässrige, etwa 30 bis 40-gewichtsprozentige Formaldehydlösungen, als Sequestriermittel z.B. nitrildriessigsäures Natrium, ethylendiamintetraessigsäures Natrium, vor allem Natrium-Polymethaphosphat, insbesondere Natrium-Hexamethaphosphat, als Emulgatoren vor allem Addukte aus einem Alkylenoxid und einem Fettalkohol, insbesondere einem Addukt aus Oleylalkohol und Ethylenoxid, als wasserunlösliche Lösungsmittel hochsiedende, gesättigte Kohlenwasserstoffe, vor allem Paraffine mit einem Siedebereich von etwa 160 bis 210° C (sogenannte Lackbenzine), als Oxidationsmittel z.B. eine aromatische Nitroverbindung, vor allem eine aromatische Mono- oder Dinitrocarbonsäure oder -sulfonsäure, die gegebenenfalls als Alkylenoxidaddukt vorliegt, insbesondere eine Nitrobenzolsulfonsäure und als Entlüftungsmittel z.B. hochsiedende Lösungsmittel, vor allem Terpentinöle, höhere Alkohole, vorzugsweise C₈- bis C₁₀-Alkohole, Terpenalkohole oder Entlüftungsmittel auf Basis von Mineral- und/oder Silikonölen, insbesondere Handelsformulierungen aus etwa 15 bis 25 Gewichtsprozent eines Mineral- und Silikonölgemisches und etwa 75 bis 85 Gewichtsprozent eines C₈-Alkohols wie z.B. 2-Ethyl-n-hexanol.

Die Färbepreparationen lassen sich auf verschiedene Weise auf das Fasermaterial applizieren, insbesondere in Form von wässrigen Färbebädern und Druckpasten. Sie eignen sich besonders zum Färben nach dem Foulard-Färbeverfahren und zum Bedrucken. Bevorzugt ist das Bedrucken.

Geeignete Verfahren sind ferner das Schaumfärbeverfahren, das Spritzfärbeverfahren und das Bedrucken nach dem Tintenstrahldruckverfahren sowie dem Chromojet-Verfahren, das z.B. im Teppichdruck Anwendung findet.

Die Mengen, in denen man die Glanzpigmente in den Färbebädern oder Druckpasten verwendet, können je nach der gewünschten Farbtiefe schwanken, im allgemeinen haben sich Mengen von 0,01 bis 15 Gewichtsprozent, insbesondere 0,1 bis 10 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gewicht des Färbegutes bzw. 0,05 bis 200 g, insbesondere 1,0 bis 100 g der Glanzpigmente pro kg Druckpaste als vorteilhaft erwiesen.

Gemäss einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung erfolgt die Herstellung der Färbepreparation so, dass man zunächst eine Formulierung bereitstellt, die alle Komponenten mit Ausnahme des Glanzpigments enthält. Anschliessend arbeitet man das Glanzpigment in der erforderlichen Menge in die Formulierung ein. Hierbei gelten die zuvor angegebenen Gewichtsverhältnisse und Mengenangaben.

Bevorzugt werden die erfindungsgemässen Färbepreparationen in Form einer Druckpaste verwendet.

Die Druckpaste enthält dabei üblicherweise 1 bis 400 g, insbesondere 20 bis 250 g des Bindemittels pro kg Druckpaste.

Vorteilhafterweise enthält die Druckpaste ausser Glanzpigment und Bindemittel auch Verdickungsmittel synthetischer Herkunft, wie z.B. solche auf Basis von Poly(meth)acrylsäuren, Poly(meth)acrylamiden, sowie deren Co-, bzw. Terpolymeren.

Bevorzugt werden Verdickungsmittel auf Basis von Kalium- oder Natriumsalzen von Poly(meth)acrylsäuren verwendet, da bei der Verwendung solcher Verdickungsmittel vorteilhafterweise teilweise oder vollständig auf den Zusatz von Ammoniak oder Ammoniumsalzen verzichtet werden kann.

Als Beispiele für weitere Verdickungsmittel seien handelsübliche Alginatverdickungen, Stärkeether, Johannisbrotkernmehlether und Celluloseäther genannt. Als Celluloseäther kommen z.B. Methyl-, Äthyl-, Carboxymethyl-, Hydroxyäthyl-, Methylhydroxyäthyl-, Hydroxypropyl- oder Hydroxypropylmethylcellulose in Betracht. Als Alginate kommen insbesondere Alkalialginate und vorzugsweise Natriumalginate in Betracht.

Beim Bedrucken des Fasermaterials wird die Druckpaste ganzflächig oder stellenweise direkt auf das Fasermaterial aufgebracht, wobei Druckmaschinen üblicher Bauart, z.B. Tiefdruck-, Rotationssiebdruck-, Rouleauxdruck und Flachfilmdruckmaschinen zweckmässig eingesetzt werden.

Nach dem Bedrucken wird das Fasermaterial vorteilhafterweise getrocknet, vorzugsweise bei Temperaturen zwischen 80 bis 120°C.

Die Fixierung des Drucks kann z.B. durch eine Hitzebehandlung erfolgen, welche vorzugsweise bei einer Temperatur von 120 bis 190°C ausgeführt wird. Die Fixierung erfolgt hierbei bevorzugt 1 bis 8 Minuten.

Die Fixierung kann jedoch auch mit ionisierender Strahlung oder durch Bestrahlung mit UV-Licht erfolgen.

Bei Verwendung ultravioletter Strahlung ist in der Regel die Anwesenheit eines Photoinitiators erforderlich. Der Photoinitiator absorbiert dabei die Strahlung, um freie Radikale, die die Polymerisation einleiten, zu erzeugen. Geeignete Photoinitiatoren sind dem Fachmann bekannt.

~~Beim Anschluss an die Fixierung kann das gefärbte oder bedruckte Fasermaterial, falls~~
gewünscht, in üblicher Weise ausgewaschen und getrocknet werden

Das erfindungsgemässe Verfahren eignet sich zum Färben oder Bedrucken der verschiedenartigsten Fasermaterialien, wie Wolle, Seide, Cellulose, Polyacrylnitril, Polyamid, Aramid, Polyolefine, z.B. Polyethylen oder Polypropylen, Polyester oder Polyurethan.

Bevorzugt sind cellulosehaltige Fasermaterialien. Als cellulosehaltige Fasermaterialien kommen solche Materialien in Betracht, die ganz oder teilweise aus Cellulose bestehen. Beispiele sind natürliche Fasermaterialien wie Baumwolle, Leinen oder Hanf, regenerierte Fasermaterialien wie z.B. Viskose, Polynosic oder Kupferkunstseide. Geeignet sind weiter cellulosehaltige Mischfasermaterialien, d.h. Mischungen aus Cellulose und anderen Fasern, insbesondere Baumwolle/Polyesterfasermaterialien.

Hauptsächlich werden Gewebe, Gewirke oder Bahnen dieser Fasern verwendet.

Mit dem erfindungsgemässen Verfahren können Textilien erhalten werden, deren Farbe sich in Abhängigkeit des Betrachtungswinkel ändert („Flop-Effekt“). Insbesondere die Glanzpigmente ohne die TiO_2 -Beschichtung, die nur aus Silicium und Sauerstoff bestehen, sind aufgrund des Umstandes, dass sie schwermetallfrei sind, hervorragend für textile Applikationen geeignet.

Die nach dem erfindungsgemässen Verfahren erhältlichen Färbungen und Drucke zeichnen sich insbesondere durch eine ausgesprochen hohe Sättigung und hohe Goniochromatizität. Sie weisen ferner gute Allgemeinechtheiten auf, wie z.B. eine gute Lichtechtheit, gute Nassechtheiten, wie Wasch-, Wasser-, Seewasser-, Überfärbe- und Schweissechtheit, eine gute Chlorechtheit, Reibechtheit, Bügelechtheit und Plissierechtheit.

Die nachfolgenden Beispiele dienen zur Erläuterung der Erfindung ohne deren Umfang einzuschränken. Darin sind die Temperaturen in Celsiusgraden angegeben, Teile sind Gewichtsteile und die Prozentangaben beziehen sich auf Gewichtsprozente, sofern nicht anders vermerkt. Gewichtsteile stehen zu Vdumentteilen im Verhältnis von Kilogramm zu Liter.

Herstellungsbeispiele 1a bis 1e. (Glanzpigmente A):

Eine Schicht aus etwa 50 nm NaCl wird in einer Vakuumkammer bei einem Druck kleiner als etwa 10^{-2} Pa auf einen metallischen Träger aufgedampft. Anschliessend werden bei dem gleichen Druck nacheinander folgende Materialien aufgedampft: Si, SiO und Si, wodurch auf dem Metallband ein Film mit dem Schichtaufbau $\text{SiO}_x/\text{SiO}/\text{SiO}_x$ erzeugt wird. Anschliessend wird das Trennmittel in Wasser aufgelöst, wobei sich Flocken vom Substrat ablösen. Die erhaltene Suspension wird bei Atmosphärendruck durch Filtrieren konzentriert und mehrmals mit entionisiertem Wasser durchspült, um vorliegende Na^+ - und Cl^- -Ionen zu entfernen. Es folgen die Schritte der Trocknung und gegebenenfalls die Erhitzung der planparallelen SiO_x -Körper als Schüttgut auf 200°C während zwei Stunden in einem Ofen, welcher mit auf 200°C erhitzter Luft durchströmt wird. Beim Erhitzen der Plättchen bildet sich auf der Oberfläche eine ca. 20 nm starke SiO_2 -Schicht auf der SiO_x -Schicht. Nach Abkühlung erfolgt die Zerkleinerung und Sortierung durch Windsichtung.

Gemäss dem vorstehend beschriebenen Verfahren werden die in der nachfolgenden Tabelle 1 aufgeführten Produkte erhalten:

Tabelle 1

Beispiel	SiO _{0,2} [nm]	SiO ₂ [nm]	SiO _{0,2} [nm]	Farbe	Farbänderung
1a	45	160	45	matt orange	matt orange nach matt gelb-grün
1b	45	240	45	matt blau-grün	matt blau-grün nach matt violett
1c	45	260	45	glänzend blau- grün	glänzend blau-grün nach glänzend violett
1d	45	280	45	glänzend grün	glänzend grün nach violett
1e	45	440	45	glänzend gelb- grün	glänzend gelb-grün nach glänzend grün

Die gemäss Herstellungsbeispiel 1 erhaltenen Pigmente zeigen mit Veränderung des Blickwinkels eine Farbänderung.

Herstellungsbeispiele 2a bis 2l (Glanzpigmente B):

2a) Je ein Graphittiegel mit Siliciumgriess (Reinheit: 95Gew.-% Si) und Natriumchlorid werden als Aufdampfungsmaterialien in eine Vakuumaufdampfkammer mit einer rotierenden Aluminiumtrommel als Zielscheibe platziert. Bei einem Druck von etwa 0,1 Pa werden zuerst 100 nm Natriumchlorid, dann innert 100 Sekunden 100 nm Silicium in Form eines niedrigen Oxids (durch Reaktion mit einem Teil des anwesenden Sauerstoffs) aufgedampft. Die beschichtete Aluminiumtrommel wird in Wasser getaucht; das Produkt, welches in Partikel zerfällt, wird durch Filtration gewonnen, mit Wasser gespült und bei 150°C in Luft getrocknet. Man erhält ein brillant grünes Pulver mit goniochromatischem Effekt.

2b) Man verfährt analog zu Beispiel 2a, dampft jedoch 120 nm Silicium in Form eines niedrigen Oxids auf. Man erhält ein brillant orange-rotes Pulver mit goniochromatischem Effekt.

2c) Man verfährt analog zu Beispiel 2a, dampft jedoch 125 nm Silicium in Form eines niedrigen Oxids auf. Man erhält ein brillant rotes Pulver mit goniochromatischem Effekt.

2d) Man verfährt analog zu Beispiel 2a, dampft jedoch 130 nm Silicium in Form eines niedrigen Oxids auf. Man erhält ein brillant purpurrotes Pulver mit goniochromatischem Effekt.

2e) Man verfährt analog zu Beispiel 2a, dampft jedoch zuerst 100 nm Natriumchlorid, dann 25 nm Siliciummonoxid, 90 nm Silicium in Form eines niedrigen Oxids und wiederum 25 nm Siliciummonoxid auf. Anschliessend wird 1 Stunde bei 250°C in Luft erhitzt, wobei die äussere Schicht unter Zunahme der Dicke in Siliciumdioxid umgewandelt wird. Man erhält ein brillant purpurrotes Pulver mit starkem goniochromatischem Effekt.

2f) Man verfährt analog zu Beispiel 2e, dampft jedoch zuerst 100 nm Natriumchlorid, dann 50 nm TiO_2 , 25 nm Siliciumdioxid, 50 nm Silicium in Form eines niedrigen Oxids, 25 nm Siliciumdioxid und 50 nm TiO_2 auf. Man erhält ein violettes Pulver mit starkem goniochromatischem Effekt.

2g) Man verfährt analog zu Beispiel 2e, dampft jedoch zuerst 100 nm Natriumchlorid, dann 50 nm TiO_2 , 50 nm Siliciumdioxid, 50 nm Silicium in Form eines niedrigen Oxids, 50 nm Siliciumdioxid und 50 nm TiO_2 auf. Man erhält ein blaues Pulver mit starkem goniochromatischem Effekt.

2h) Man verfährt analog zu Beispiel 2e, dampft jedoch zuerst 100 nm Natriumchlorid, dann 50 nm TiO_2 , 100 nm Siliciumdioxid, 50 nm Silicium in Form eines niedrigen Oxids, 100 nm Siliciumdioxid und 50 nm TiO_2 auf. Man erhält ein gelb-grünes Pulver mit hoher Farbsättigung und starkem goniochromatischem Effekt.

2i) Man verfährt analog zu Beispiel 2e, dampft jedoch zuerst 100 nm Natriumchlorid, dann 100 nm TiO_2 , 100 nm Siliciumdioxid, 100 nm Silicium in Form eines niedrigen Oxids, 100 nm Siliciumdioxid und 100 nm TiO_2 auf. Man erhält ein rot-violettes Pulver mit starkem goniochromatischem Effekt.

2j) Man verfährt analog zu Beispiel 2e, dampft jedoch zuerst 100 nm Natriumchlorid, dann 100 nm TiO_2 , 50 nm Siliciumdioxid, 100 nm Silicium in Form eines niedrigen Oxids, 50 nm Siliciumdioxid und 100 nm TiO_2 auf. Man erhält ein oranges Pulver mit starkem goniochromatischem Effekt.

2k) Man verfährt analog zu Beispiel 2e, dampft jedoch zuerst 100 nm Natriumchlorid, dann 100 nm TiO_2 , 25 nm Siliciumdioxid, 100 nm Silicium in Form eines niedrigen Oxids, 25 nm Siliciumdioxid und 100 nm TiO_2 auf. Man erhält ein gelbes Pulver mit starkem goniochromatischem Effekt.

Beispiel 1:

Eine Stammverdünnung wird durch Mischen der folgenden Komponenten hergestellt:

600 Teile Wasser

5 Teile Entlüftungsmittel (Lyoprint® AP)*

5 Teile Ammoniak (25%ig)

100 Teile Bindemittel auf Acrylatbasis (Alcoprint® PB-HC)*

14 Teile Verdickungsmittel (Alcoprint® PTP)*

* Produkte der Ciba Specialty Chemicals

Das Verdickungsmittel wird mit Hilfe eines Hochgeschwindigkeitsrührers in der Mischung homogenisiert.

Die Viskosität der oben genannten Stammverdünnung beträgt ca. 14'000 mPas \pm 10% (Brookfield RVT, 25°C, 20 U/min, Spindel 5).

Eine Druckpaste wird hergestellt durch Einarbeiten von 0,8 Teilen des Glanzpigments aus Herstellungsbeispiel 1a in 99,2 Teile der obigen Stammverdünnung.

Ein Baumwollgewebe wird mit der Druckpaste auf einer Zimmer-Flachfilmdruckmaschine bedruckt (Sieb 64, Rakel 12 mm, $p = 6$, $v = 3$). Der Druck wird 2 Minuten bei 120°C getrocknet und anschliessend 5 Minuten bei 150°C fixiert. Man erhält einen Druck mit starkem goniochromatischem Effekt von matt orange nach matt gelb-grün und guten Nass- und Lichteigenschaften.

Beispiele 2 bis 5: Verfährt man wie in Beispiel 1, verwendet jedoch anstelle der dort angegebenen Menge des Glanzpigments A eine gleiche Menge eines der in der folgenden Tabelle 2 angegebenen Glanzpigmente A, so erhält man ebenfalls Drucke mit starkem goniochromatischem Effekt und guten Nass- und Lichteigenschaften.

Tabelle 2

Bsp.	Glanzpigmente A aus Bsp	Farbe
2	1b	matt blau-grün nach matt violett
3	1c	glänzend blau-grün nach glänzend violett
4	1d	glänzend grün nach violett
5	1e	glänzend gelb-grün nach glänzend grün

Beispiele 6 bis 16: Verfährt man wie in Beispiel 1, verwendet jedoch anstelle der dort angegebenen Menge des Glanzpigments A eine gleiche Menge eines der Glanzpigmente B aus den Herstellungsbeispielen 2a, 2b, 2c, 2d, 2e, 2f, 2g, 2h, 2i, 2j und 2k so erhält man ebenfalls Drucke mit starkem goniochromatischem Effekt und guten Nass- und Lichteigenschaften.

Beispiel 17:

Eine Stammlösung wird durch Mischen der folgenden Komponenten hergestellt:

676 Teile Wasser

10 Teile Entschäumer (DF-66 25%)

5 Teile Dispergiermittel (Albegal® A)*

10 Teile Verdickungsmittel (Irgapadol® MP)*

100 Teile Bindemittel (Irgaphor® SPD-B)*

9 Teile Weichgriffmittel (Avivan® MS)*

* Produkte der Ciba Specialty Chemicals

Ein Baumwollgewebe wird mit einer Färbezusammensetzung geklotzt, die 80 Teile der zuvor genannten Stammlösung, 0,8 Teile des Glanzpigments aus Herstellungsbeispiel 1a und 19,2 Teile Wasser enthält. Das imprägnierte Gewebe wird für 2 bis 5 Minuten bei 140 bis 170°C getrocknet und fixiert. Alternativ kann das Trocknen und Fixieren auch 1 Minute bei 185°C durchgeführt werden. Man erhält eine Färbung mit starkem goniochromatischem Effekt von matt orange nach matt gelb-grün und guten Nass- und Lichteigenschaften.

Beispiele 18 bis 32: Verfährt man wie in Beispiel 17 angegeben, verwendet jedoch anstelle der dort angegebenen Menge des Glanzpigments aus Herstellungsbeispiel 1a eine gleiche Menge eines der Glanzpigmente aus den Herstellungsbeispielen 1b, 1c, 1d, 1e, 2a, 2b, 2c, 2d, 2e, 2f, 2g, 2h, 2i, 2j und 2k so erhält man ebenfalls Färbungen mit starkem goniochromatischem Effekt und guten Nass- und Lichtechtheiten.

Beispiel 33:

Eine Stammlösung wird durch Mischen der folgenden Komponenten hergestellt:

643 Teile Wasser

10 Teile Entschäumer (DF-66 25%)

25 Teile Verdickungsmittel (Irgapadol® MP)*

60 Teile Weichgriffmittel (Avivan® MS)*

2 Teile Netzmittel (Cibaflow® PAD)*

20 Teile Bindemittel (Cibatex® EM)*

40 Teile Bindemittel (Dicrylan® AM)*

* Produkte der Ciba Specialty Chemicals

Ein Baumwollgewebe wird mit einer Färbezusammensetzung geklotzt, die 80 Teile der zuvor genannten Stammlösung, 0,8 Teile des Glanzpigments aus Herstellungsbeispiel 1a und 19,2 ~~Teile Wasser enthält. Das imprägnierte Gewebe wird für 2 bis 5 Minuten bei 140 bis 170°C~~ getrocknet und fixiert. Alternativ kann das Trocknen und Fixieren auch 1 Minute bei 185°C durchgeführt werden. Man erhält eine Färbung mit starkem goniochromatischem Effekt von matt orange nach matt gelb-grün und guten Nass- und Lichtechtheiten.

Beispiele 34 bis 48: Verfährt man wie in Beispiel 33 angegeben, verwendet jedoch anstelle der dort angegebenen Menge des Glanzpigments aus Herstellungsbeispiel 1a eine gleiche Menge eines der Glanzpigmente aus den Herstellungsbeispielen 1b, 1c, 1d, 1e, 2a, 2b, 2c, 2d, 2e, 2f, 2g, 2h, 2i, 2j und 2k so erhält man ebenfalls Färbungen mit starkem goniochromatischem Effekt und guten Nass- und Lichtechtheiten.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Färben oder Bedrucken von textilen Fasermaterialien, worin man ein Glanzpigment A oder B verwendet, umfassend
A(a) einen aus einem im wesentlichen transparenten oder metallisch reflektierenden Material bestehenden Kern, und
A(b) mindestens eine im wesentlichen aus einem oder mehreren Siliciumoxiden bestehende Beschichtung, wobei das molare Verhältnis von Sauerstoff zu Silicium im Mittelwert von 0,03 bis 0,95 beträgt, oder
B(a) einen im wesentlichen aus einem oder mehreren Siliciumoxiden bestehenden Kern wobei das molare Verhältnis von Sauerstoff zu Silicium im Mittelwert von 0,03 bis 0,95 beträgt.
2. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Kern A(a) von Glanzpigment A aus Glimmer, SiO_y , wobei y 0,95 bis 1,8 ist, SiO_2 oder $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ -Gemischen besteht.
3. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Kern A(a) von Glanzpigment A aus der Gruppe Ag, Al, Au, Cu, Cr, Ge, Mo, Ni, Si, Ti, Zn, deren Legierungen, Graphit, Fe_2O_3 oder MoS_2 , vorzugsweise Al, ausgewählt wird.
4. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Glanzpigment A folgenden Schichtaufbau aufweist: $\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{SiO}_y/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2$, $\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2$, $\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{Al}/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2$, $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ oder $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{Al}/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$, wobei x 0,03 bis 0,95 und y 0,95 bis 1,8 ist.
5. Verfahren gemäss Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Glanzpigment A folgenden Schichtaufbau aufweist: $\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{SiO}_y/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2$, $\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2$ oder $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2/\text{SiO}_x/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$, wobei x 0,03 bis 0,95, und y 0,95 bis 1,8 ist, der Kern ein Plättchen mit einem durchschnittlichen Durchmesser von 1 bis 50 μm und einer Dicke von 20 bis 500 nm ist, die Dicke der SiO_x -Schicht 5 bis 200 nm beträgt, die Dicke der SiO_y oder SiO_2 -Schicht 1 bis 200 nm beträgt und die Dicke der TiO_2 -Schicht 1 bis 180 nm beträgt.

6. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Kern B(a) von Glanzpigment B eine Dicke von 20 bis 350 nm aufweist.
7. Verfahren gemäss einem der Ansprüche 1 und 6, dadurch gekennzeichnet, dass auf dem Kern B(a) von Glanzpigment B eine Schicht B(b) mit einer Dicke von 0 bis 500nm aufgebracht ist, die 17 bis 51 Atom-% Silicium enthält, das an über 95Atom-% Sauerstoff, bezogen auf 100 Atom% Silicium, gebunden ist.
8. Verfahren gemäss einem der Ansprüche 1 und 6, dadurch gekennzeichnet, dass auf dem Kern B(a) von Glanzpigment B eine Schicht B(c) mit einer Dicke von 0 bis 300 nm aufgebracht ist, die eine Transparenz von 50 bis 100% und einen komplexen Brechungsindex $n + ik$ entsprechend der Bedingung $\sqrt{n^2 + k^2} \geq 1,5$ bei der Wellenlänge der maximalen sichtbaren Reflexion der Teilchen aufweist, und im wesentlichen aus Kohlenstoff, einer organischen Verbindung, einem Metall, einem Dielektrikum oder einem Gemisch davon besteht.
9. Verfahren gemäss einem der Ansprüche 1, 6 und 7, dadurch gekennzeichnet, dass auf der Schicht B(b) von Glanzpigment B eine Schicht B(c) mit einer Dicke von 0 bis 300 nm aufgebracht ist, die eine Transparenz von 50 bis 100% und einen komplexen Brechungsindex $n + ik$ entsprechend der Bedingung $\sqrt{n^2 + k^2} \geq 1,5$ bei der Wellenlänge der maximalen sichtbaren Reflexion der Teilchen aufweist, und im wesentlichen aus Kohlenstoff, einer organischen Verbindung, einem Metall, einem Dielektrikum oder einem Gemisch davon besteht.
10. Verfahren gemäss einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass man das textile Fasermaterial bedruckt.

Zusammenfassung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum Färben oder Bedrucken von textilen Fasermaterialien, worin man ein Glanzpigment A oder B verwendet, umfassend

A(a) einen aus einem im wesentlichen transparenten oder metallisch reflektierenden Material bestehenden Kern, und

A(b) mindestens eine im wesentlichen aus einem oder mehreren Siliciumoxiden bestehende Beschichtung, wobei das molare Verhältnis von Sauerstoff zu Silicium im Mittelwert von 0,03 bis 0,95 beträgt, oder

B(a) einen aus einem im wesentlichen transparenten Material bestehenden Kern aus einem oder mehreren Siliciumoxiden, wobei das molare Verhältnis von Sauerstoff zu Silicium im Mittelwert von 0,03 bis 0,95 beträgt.

PCT Application
PCT/EP2003/011188

